

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

21

PUBLICATION NUMBER : 54119531
PUBLICATION DATE : 17-09-79

APPLICATION DATE : 10-03-78
APPLICATION NUMBER : 53027474

APPLICANT : NIPPON SODA CO LTD;

INVENTOR : KANO SABURO;

INT.CL. : C09B 57/00

TITLE : BISPYRROLOPYRAZINE COMPOUND, ITS PREPARATION, AND METHOD OF USING IT AS PIGMENT

ABSTRACT : NEW MATERIAL:A bispyrrolopyrazine compound of formula I: (R is H or methyl group; X is carbocyclic or heterocyclic aromatic diamine residue).

EXAMPLE: A compound of formula II.

USE: Printing ink and coating materials, and coloring rubbers and synthetic resins.

PROCESS: A pyrrolopyrazine of formula III: (R_1 is lower alkoxy group) is reacted with a diamine of the formula $H_2N-X-NH_2$ in an organic solvent to give the objective compound of formula I.

⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54—119531

⑬Int. Cl.²
C 09 B 57/00

識別記号 ⑭日本分類
23 A 0

⑮内整理番号 ⑯公開 昭和54年(1979)9月17日
6859—4H

発明の数 3
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ビスピロロピラジン化合物、その製造方法及び顔料としてそれを使用する方法

礪波市宮村160

⑰発明者 伊藤勝

富山県射水郡大門町栄2550

同 加納三郎

小田原市中里437の7

⑱特願 昭53—27474

⑲出願 昭53(1978)3月10日

⑳出願人 日本曹達株式会社

東京都千代田区大手町二丁目2

番1号

㉑発明者 源田義一

富山県東礪波郡庄川町示野74の

2

同 富田宣夫

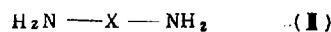
㉒代理人 弁理士 伊藤晴之 外1名

明細書

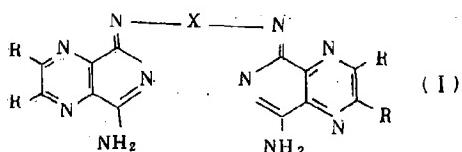
1. 発明の名称

ビスピロロピラジン化合物、その製造方法及び顔料としてそれを使用する方法。

(式中、Rは水素原子又はメチル基を、R₁は低級アルコキシ基を表わす)で示されるビスピロロピラジンと一般式(Ⅰ)



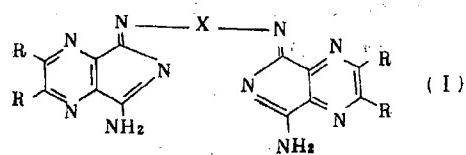
(式中、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示されるジアミンと有機溶媒中で反応させることを特徴とする一般式(Ⅱ)



(式中、Rは水素原子又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基、又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示されるビスピロロピラジン化合物の製造方法。

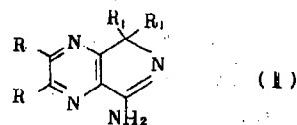
2. 特許請求の範囲

(1) 一般式(Ⅰ)



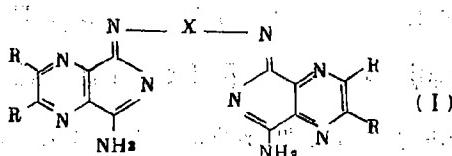
(式中、Rは水素原子又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示されるビスピロロピラジン化合物。

(2) 一般式(Ⅱ)



(3) 有機溶媒が、低級飽和脂肪族アルコールである特許請求の範囲第2項記載の製造方法。

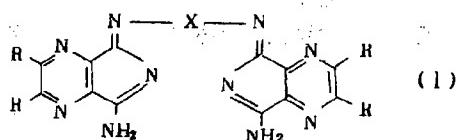
(4) 一般式(Ⅰ)



(式中、Rは水素原子又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基、又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で、示されるビスピロロピラジン化合物を顔料としてヒビクルに混和することによる分散顔料、印刷インクの製造、又はゴム、合成樹脂に配合することによる着色に使用する方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、ビスピロロピラジン化合物に係り、更に詳しくは、一般式(Ⅰ)

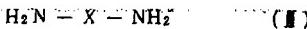


フエニルケトンなどのように $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}=$
 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CONH}-$ 、 $-\text{NHC}\equiv\text{NH}-$ 、 $-\text{O}-$ 、
 $-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{S-S-}$ 、 $-\text{SO}_2\text{NH}-$ 、
 $-\text{NH}-$ 、 $-\text{N=N-}$ 、 $-\dot{\text{N}}=\text{N-}$ アリレン $-\text{N=N-}$ 、
 $-\text{N}=\text{N-ジアリレン-N=N-}$ などの結合によつて形成されたジアミン、及び2,6-ジアミンピリジン、2,6-ジアミノカルバゾール、2,6-ジアミノベンゾチアゾール、3,6-ジアミノアクリジン、1,4-ジアミノアンスラキノン、1,5-ジアミノアンスラキノンなどの複素環式芳香族ジアミン、並びにこれら化合物の炭素環上にメチル、エチルのような低級アルキル基、メトキシ、エトキシ、フエノキシのような置換ヒドロキシル基、ハロゲン、カルボキシル基、ニトロ基、シアノ基などの置換基を有する芳香族ジアミン類がある。

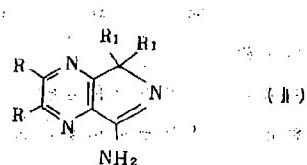
更に、本発明は、一般式(Ⅰ)で示されるビスピロロピラジン化合物を製造する方法に関する。即ち、このものは一般式(Ⅰ)

(式中、Rは水素原子、又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基、又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示される新規の仙値あるビスピロロピラジン化合物に関するものである。

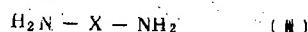
一般式(Ⅰ)におけるRは水素原子、又はメチル基であり、Xは一般式(Ⅱ)



で示される炭素環式芳香族ジアミン又は複素環式芳香族ジアミンの残基Xである。この芳香族ジアミンとしては、o-フェニレンジアミン、m-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、4,4'-ジアミノジエニルトリフエニル、4,4'-ジアミノシフェニル、1,4-ジアミノナフタレン、1,5-ジアミノナフタレンなどとの通常のジアミンの他に、4,4'-ジアミノジフェニルスルホン、4,4'-ジアミノジフェニルエーテル、4,4'-ジアミノベンズアニリド、4,4'-ジアミノステルベン、4,4'-ジアミノジ



で示されるピロロピラジン(式中、Rは前記の意味を、R1は低級アルコキシ基を表わす)と一般式(Ⅱ)

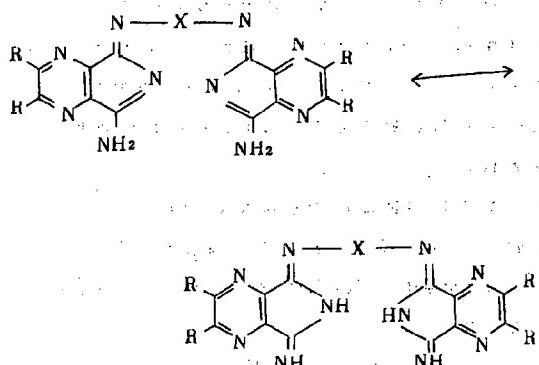


(式中、Xは前記の意味を有する)で示される炭素環式芳香族ジアミン、又は複素環式芳香族ジアミンとを有機溶媒中で縮合させることにより得られる。

本発明に使用する一般式(Ⅲ)で示されるピロロピラジン化合物は、近年、工業的生産が可能となつた、ジアミノマレオニトリル(DAMN)から誘導される5,6-ジ置換-2,3-ジシアノピラジンを常温で、低級脂肪族アルコキシドの触媒量の存在下のものと、低級脂肪族アルコ

アルコール中に溶解して反応させ、同温度でしばらく保持したのち、冷却することにより結晶として高収率で製造することができる。

なお一般式(Ⅰ)で示される化合物は次の互変異性体として示すこともできる。



又、一般式(Ⅱ)で示される化合物も、次のような互変異性体として示してもよい。

ることが望ましい。

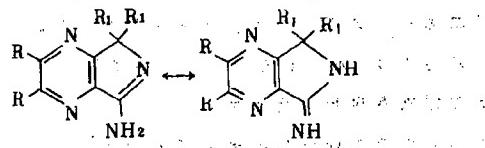
縮合反応に用いる有機溶媒は、該縮合反応に関与しない不活性な溶媒であつて、縮合によつて生成する低級アルコールと相溶性ある溶媒が望ましく、メタノール、エタノール、n-ブロバノール、イソブロバノール、n-ブタノール、t-ブタノール、sec-ブタノールなどの脂肪族低級アルコールが好ましく使用される。

反応時間は、通常5～25時間、好ましくは、10～22時間である。

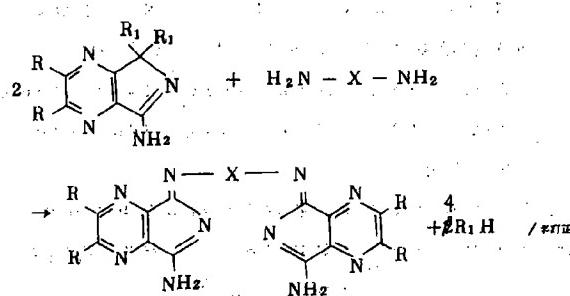
なお、この一般式(Ⅱ)で示されるビロロピラジン化合物と、一般式(Ⅲ)で示されるジアミンの縮合反応の態様として、5,6-ジ置換ジシアノピラジンを常温で低級脂肪族アルコキシドの触媒量の存在下のもとに、低級脂肪族アルコール中に溶解反応させて一般式(Ⅱ)で示されるビロロピラジン生成させ、これを取り出すことなく一般式(Ⅲ)で示されるジアミンと反応させても良い。

このようにして製造された、一般式(Ⅰ)で示さ

特開昭54-119531(3)



本発明に係る一般式(Ⅰ)で示されるビスビロロピラジン化合物の製造方法は、一般式(Ⅱ)で示されるビロロピラジンと一般式(Ⅲ)で示されるジアミンとを、有機溶媒中で、次の反応式によつて反応させることより成る。



この縮合反応は、比較的低温で進行するが、反応温度は、40℃以上、特に50～130℃とす

れるビスビロロピラジン化合物は、鮮明な深黄色～深橙黄色の色調を呈する場合が多く、その融点は大部分250℃以上である。また、その耐候性、耐溶剤性、耐薬品性、鮮明度、着色力等の主要な顔料特性においても、広く使用されている多数の高級顔料に比肩し得る優れたものである。このため本発明に係る化合物(Ⅰ)を天然、又は合成ヒビクルと混練し、要すれば顔料助剤を添加することによつて印刷インキ、塗料等を製造することができる。又、ゴム、合成樹脂等中に分散させることによつて、これら基材を着色することも可能である。

以下、実施例及び試験例をあけ本発明を更に詳細に説明する。

実施例1

300mlオース型フラスコに7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ビロロ[3,4]ビラジン10.0g/ml、3,3'-ジクロルベンジジン7.0gを仕込み更にメタノール20.0mlを入れて攪拌下で15時間攪拌保持した。析出した結晶を50～60℃

で濾過し、メタノール、エタノール、アセトン、水の各々 30 mL で良く洗浄した後乾燥して、11.0 g の深緑黄色粉末を得た。
このものの物性は次の通りであつた。

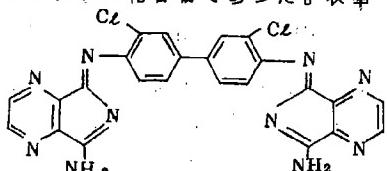
融点 : 247~250 °C (分解)

元素分析値(%): C₂₄ H₁₄ N₁₀ Cl₂ 分子量 513
として

	C	H	N	Cl
分析値	56.50	3.02	27.20	13.57
計算値	56.14	2.73	27.29	13.84

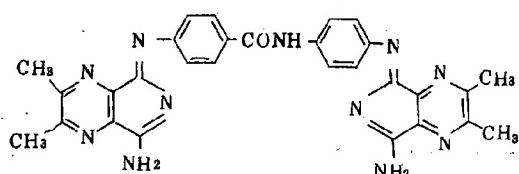
赤外線吸収スペクトル: (KBr, cm⁻¹)
3310, 3150, 1615, 1525, 1470, 1360,
1290, 1230, 1145, 1040, 860, 810,
700 など

以上の結果より生成物は次の構造を有するビス
ピロロビラジン化合物であつた。收率 83.2%



970 など

以上の結果より生成物は次の構造を有するビス
ピロロビラジン化合物であつた。收率 86.0%。



実施例 3.

500 mL ナス型フラスコに 2,3-ジメチル-
7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ピロロ-
[3,4-*b*] ピラジン 10.0 g, 4,4'-ジアミノジ/
フエニルスルホン 5.6 g, メタノール 400 mL
を仕込み、還流下で 16 時間攪拌保持した。析
出した結晶を 50~55 °C で濾過し、メタノール、
エタノール、アセトン、水の各々 30 mL で良く
洗浄した後、乾燥して 5.90 g の緑色をおび
た深黄色粉末を得た。

特開昭54-119531(4)

実施例 2
500 mL ナス型フラスコに 2,3-ジメチル-
7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ピロロ-
[3,4-*b*] ピラジン 10.0 g, 4,4'-ジアミノジ/
フエニルスルホン 6.1 g, メタノール 350 mL を
仕込み、還流下で 18 時間攪拌保持した。析出
した結晶を 50~60 °C で濾過し、メタノール、
エタノール、アセトン、水の各々 20 mL で良く
洗浄した後、乾燥して、10.5 g の深緑黄色粉
末を得た。

このものの物性は次の通りであつた。

融点 : 270 °C (分解変色)

元素分析値(%): C₂₈ H₂₂ N₁₁ O, 分子量 543
として

	C	H	N
分析値	64.52	4.69	28.68
計算値	64.09	4.60	28.36

赤外線吸収スペクトル: (KBr, cm⁻¹)

3320, 2980, 1650, 1600, 1530, 1500,
1400, 1380, 1335, 1310, 1230, 1175,

このものの物性は次の通りであつた。

融点 : 304 °C (分解)

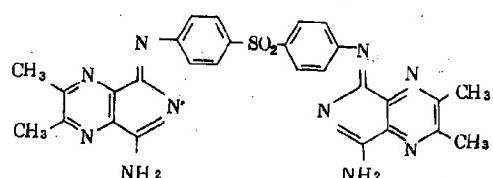
元素分析値(%): C₂₈ H₂₄ N₁₀ O₂ S, 分子量
564 として

	C	H	N	S
分析値	59.77	4.20	25.00	5.65
計算値	59.57	4.26	24.82	5.67

赤外線吸収スペクトル: (KBr, cm⁻¹)

3370, 2980, 1615, 1590, 1530, 1380,
1335, 1280, 1190, 1135, 1095, 970,
820 など

以上の結果より生成物は次の構造を有するビス
ピロロビラジン化合物であつた。收率 46.5%



実施例4.

500 ml ナス型フラスコに、2,3-ジメチル-7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ビロロ[3.4 β]ビラジン 10.0 g、4,4'-ジアミノジフェニルメタン 9.0 g、メタノール 350 ml を仕込み、還流下で18時間攪拌保持した。析出した結晶を55~60°Cで濾過しメタノール、エタノール、アセトン各々30 mlで、良く洗浄した後乾燥して10.0 gの深黄色の後めて鮮明な粉末を得た。

このものの物性は次の通りであつた。

融点：249~252°C (分解)

元素分析値(%): C₂₉H₂₈N₁₀ 分子量514として

C H N

分析値 68.11 5.15 27.63

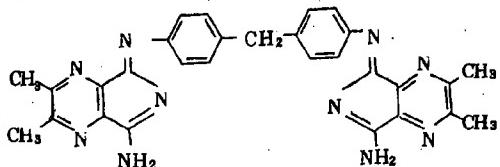
計算値 67.70 5.01 27.24

赤外線吸収スペクトル (KBr, cm⁻¹)

3300, 3000, 2950, 1610, 1510, 1430,
1380, 1335, 1265, 1190, 1135, 965,
810 など

以上の結果より生成物は、次の構造を有するスピロロビラジン化合物であつた。

収率 86.2%



実施例5.

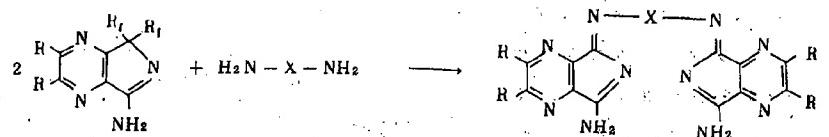
300 ml 4 領 フラスコにメタノール 200 mlを入れ、水浴で20~25°Cに保持し攪拌した。次に金属ソーダ 1.0 gを入れ完全に溶解させ 5,6-ジメチル-2,3-ジシアノビラジン 10.0 gを加え、2時間攪拌保持した。更にこの中へ4,4'-ジアミノジフェニルメタン 6.3 gを入れ還流下で17時間攪拌保持した。析出した結晶を55~60°Cで濾過、メタノール、エタノール、アセトン、水の各々20 mlで良く洗浄した後乾燥し

て深黄色の鮮明な粉末 10.2 gを得た。

このものの物性は、実施例4の生成物の物性と一致した。 収率 63%

実施例 6 ~ 24

実施例 1 ~ 4 と同様にして、次式における R, X 及び反応条件をかえて製造した。



実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m.p.(°C)	元素分析値(%) *					赤外線吸収スペクトル(KBr;cm⁻¹)
									C	H	N	Cd	S	
6	H		メタノール	還流下	20	72.8	深橙色	245~247 (61.60)	62.17 (349)	8.86	32.03 (31.63)	—	—	3350, 1600, 1490, 1400, 1360, 1300, 1230, 1140, 830, 755 など
7	CH ₃		"	"	15	63.0	深橙 黄色	277~ 280 (59.05)	60.00 (387)	3.92	25.11 (24.60)	12.62 (12.48)	—	3300, 3200, 2940, 1610, 1530, 1470, 1340, 1195, 1150, 1040, 970, 805 など
8	H		"	"	18	84.0	"	300 以上 (64.86)	65.70 (3.60)	4.43	31.49 (31.53)	—	—	3380, 3150, 1650, 1610, 1530, 1485, 1360, 1290, 1220, 1145, 1000, 820 など

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m.p.(°C)	元素分析値(%) *					赤外線吸収スペクトル(KBr;cm⁻¹)
									C	H	N	Cd	S	
9	CH ₃		メタノール	還流下	17	82.0	深緑色	252~ 255 (56.47)	56.99 (4.31)	4.78	32.60 (32.94)	—	—	3340, 2960, 1650, 1610, 1530, 1490, 1330, 1290, 1180, 1110, 935, 870 など
10	H		"	"	"	84.2	"	260~ 264 (52.86)	51.87 (30.8)	4.00	36.95 (37.00)	—	—	3320, 1650, 1610, 1530, 1490, 1380, 1290, 1110, 1070, 930, 860 など
11	H		"	"	16	38.2	緑黄色	243~ 246 (56.9)	55.24 (3.15)	3.08	27.23 (27.56)	—	5.97 (6.30)	3370, 3200, 1610, 1590, 1530, 1365, 1280, 1140, 1100, 820 など
12	CH ₃		エタノール	"	17	28.3	"	304 分解 (59.57)	57.99 (42.6)	4.30	25.51 (24.82)	—	5.82 (5.67)	3360, 3240, 1620, 1590, 1530, 1335, 1280, 1140, 1100, 970, 820 など
13	H		"	"	20	89.5	深褐色	283~ 285 (62.61)	63.03 (34.8)	4.00	30.74 (30.43)	—	—	3300, 3150, 1610, 1530, 1490, 1360, 1220, 1145, 1005, 835 など
14	CH ₃		"	"	18	70.0	深黄色	260~ 263 (65.12)	63.51 (4.65)	4.81	26.95 (27.13)	—	—	3350, 3160, 1610, 1530, 1490, 1380, 1335, 1220, 1150, 970 など

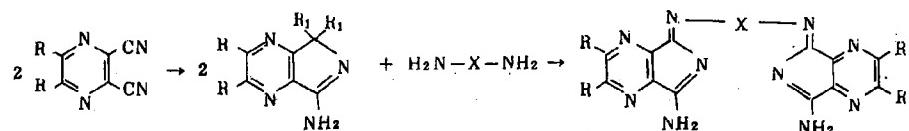
* () 値は計算値

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m.p.(°C)	元素分析値(%)					赤外線吸収スペクトル(KBr: cm⁻¹)
									C	H	N	Cθ	S	
15	H		メタノール	恒温下	15	90.0	深紅 黄色	255 分解 (65.50)	6.500 (3.93)	4.31 (3057)	30.82	—	—	3350, 3160, 1610, 1530, 1500, 1360, 1290, 1220, 1050, 810 など
16	CH ₃		エタノール	#	19	50.2	深黄色	249~ 252 (67.70)	6.686 (5.06)	4.87 (724)	27.61	—	—	3300, 3000, 1610, 1510, 1430, 1380, 1335, 1260, 1190, 1130, 970 など
17	H		メタノール	#	15	87.7	深紅 黄色	265 分解 (60.50)	5.889 (3.36)	4.00 (2941)	29.33	—	6.62 (6.72)	3350, 3170, 1610, 1530, 1470, 1360, 1290, 1220, 1145, 1000, 830 など
18	H		#	#	17	51.1	深赤 黄色	260 分解 (53.93)	5.449 (2.62)	3.02 (3146)	31.09	—	—	3490, 3350, 1620, 1595, 1500, 1400, 1340, 1220, 1090, 870, 810 など
19	CH ₃		エタノール	#	19	84.0	深茶 黄色	300 以上 (59.50)	5.862 (4.96)	5.03 (2893)	28.29	—	6.73 (6.61)	3350, 3200, 1610, 1530, 1475, 1380, 1335, 1270, 1190, 1000, 960 など

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m.p.(°C)	元素分析値(%)					赤外線吸収スペクトル(KBr: cm⁻¹)
									C	H	N	Cθ	S	
20	H		メタノール	恒温下	20	52.0	深緑 黄色	187~ 190 (59.69)	6.022 (4.12)	4.43 (24.01)	24.51 (12.18)	12.24	—	3310, 3150, 1655, 1620, 1530, 1480, 1360, 1290, 1230, 1145, 1050, 920, 820, など
21	H		エタノール	#	20	30	深褐色	290~ 293 (57.46)	5.650 (3.09)	3.33 (39.43)	40.25	—	—	3280, 2950, 1620, 1550, 1520, 1420, 1365, 1300, 1215, 1145, 1055, 810, 700 など
22	CH ₃		メタノール	#	20	3.4	深橙色	295 分解 (61.31)	6.041 (4.62)	5.04 (34.06)	35.11	—	—	3390, 2980, 1620, 1550, 1425, 1380, 1335, 1260, 1200, 1145, 1100, 980, 810 など
23	CH ₃		#	#	15	7.8	深褐色 変色分解 (64.29)	265 分解 (5.00)	6.342 (25.00)	5.23 (25.00)	25.44	—	—	3350, 3200, 2990, 2910, 1650, 1600, 1520, 1480, 1380, 1335, 1240, 1030, 970, 830 など
24	CH ₃		#	#	18	6.5	深橙色 以上 (65.82)	300 以上 (65.82)	6.480 (4.84)	4.51 (29.54)	29.32	—	—	3300, 3050, 1620, 1530, 1380, 1335, 1260, 1195, 1140, 1100, 970, 770 など

実施例 25 ~ 29

実施例 5 と同様にして、次式における R, X 及び反応条件をかえて製造した。



実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m.p.(°C)	元素分析値(%) *					赤外線吸収スペクトル(KBr: cm⁻¹)
									C	H	N	Cθ	S	
25	CH₂		メタノール	還流下	18	46	深黄色	249~ 253 (67.70)	67.21 (5.06)	5.53 (27.24)	27.60	—	—	3300, 3000, 1610, 1510, 1430, 1380, 1335, 1260, 1190, 1130, 970 など
26	CH₃		エタノール	#	15	35.0	緑黄色	304 分解 (59.57)	60.22 (4.26)	4.86 (24.82)	25.02	—	5.44 (5.67)	3360, 3240, 1620, 1590, 1530, 1335, 1280, 1140, 1100, 970, 820 など
27	H		メタノール	#	13	66	茶褐色	300 以上 (63.16)	64.00 (3.35)	3.62 (33.49)	34.00	—	—	3300, 3050, 2960, 1620, 1380, 1340, 1260, 1195, 1140, 1100, 970, 770 など

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m.p.(°C)	元素分析値(%) *					赤外線吸収スペクトル(KBr: cm⁻¹)
									C	H	N	Cθ	S	
28	H		メタノール	還流下	17	73.0	深棕色	245~ 248 (61.60)	60.22 (3.49)	4.23 (31.63)	30.99	—	—	3350, 1600, 1490, 1400, 1360, 1300, 1230, 1140, 830, 755 など
29	CH₃		エタノール	還流下	19	69.1	深黄色	260~ 262 (65.12)	65.87 (4.65)	5.06 (27.13)	27.11	—	—	3350, 3160, 1610, 1530, 1490, 1380, 1335, 1220, 1150, 970 など

* () 値は計算値

試驗例 1

実施例 1 ~ 29 で得られた化合物の一部について J I S K 5101 (順料試験法) の方法に従つて順料適性試験を行つた。着色力、日光堅牢度試験に用いた試験片は次のようにして作成した。

即ち化合物 1.00 g と 4 号アマニ油 1.50 g とを
フーバーマラーで 500 回練和して調製して、
濃色 (full shade) の印刷インキを調製した。
また、濃色インキ 0.20 g を白色エキス テンダ
ーインキ (酸化亜鉛 50.0 % 含有) 5.0 g と混
合して淡色 (tinting shade) インキを調製した。
この両インキ 1.5 cc をテスト印刷紙 (ケント紙)
に 525 mm² の面積に展色したものを用いた。
この顔料通性試験の結果は次の表の通りであつ
た。

化 合 物 系	耐 潤 潑 性 (5段階 最高5級)	耐 素 品 性 (5段階 最高5級)	日光堅牢度 5種類 がし	耐 光 性		着 色 力	
				著 漆		淡 漆	
				漆素	漆素	漆素	漆素
1	5	4	4	变化なし	7~8	7	極めて良好
2	4	4	4	"	6~7	7	"
3	4	4	4	"	6~7	8	"
4	4	4	4	"	6~7	8	"
5	4	4	4	"	6~7	8	"
6	5	4	4	"	6~7	8	"
7	5	4	4	"	6~7	8	"
8	5	4	4	"	6~7	8	"
9	3	4	3	"	5	6	"
10	4	4	4	"	5	6	"
11	4	4	4	"	7~8	8	"
12	5	4	4	"	7~8	8	"
13	5	4	4	"	6~7	8	"
14	5	4	4	"	6~7	8	"
15	5	4	4	"	6~7	8	"
16	5	4	4	"	6~7	8	"
17	5	4	4	"	6~7	8	"
18	4	4	4	"	7~8	8	"
19	3	4	3	"	6	5	"
20	4	4	4	"	3	4	"
21	4	4	4	"	4	4	"
22	4	4	4	"	4	4	"
23	3	4	3	"	3	3	"
24	4	4	4	"	3	3	"
25	3	4	3	"	3	3	"

* 該当番号の実施例で得られた化合物
 ■ 快晴の日(1日8時間)10日間照射
 ■ フエードメーターで100時間照射。
 ■ 8段階、最高8級(ブルースケール比較)(耐薬品性はJIS規格の1%濃度を5%濃度にしてテスト)

試驗例 2

実施例1で得られた顔料 2.0 g、と二酸化チタン粉末 10 g 大豆油アルキゾド樹脂 26.4 g メラミン-ホルムアルデヒド樹脂（固型分：50%）24.0 g、エチレンクリコールモノメチルエーテル 9.0 g 及びキシレン 30 g からなる混合物を、カラスピーズ 50 g を用いて、3時間粉碎して、ラツカーラを得た。このラツカーラを鋼板テストパネル上に噴霧し、室温で1時間予備乾燥した後 120°C で 30 分間焼付けして 横黄色の塗膜を得た。この塗膜は優れた着色力、非常に良好な耐光性及び耐候性を有した。

試驗例 3

実施例 15 で得られた顔料 29 とアルミナ水和

物 36 g、アマニ油ワニス 60 g、ナフテン酸コバルト 0.3 gとをロールミルで良く摩擦した。得られたカラーペーストで調製展色したケント紙上の色調は深黄色にプリントされ、その濃度は深く、耐光堅牢度は著しく良好であつた。

試驗例 4

実施例 12 で得た顔料をメラミンアルキッド樹脂、チタン白、ナフテン酸コバルト、ナフテン酸鉛、キシレンで調製して塗料を得、これを塗装用板に 0.2 ミルの厚さで塗布し、30 分間、予備乾燥（常乾）させ、180℃で 30 分間、焼付けを行つたところやや緑色をおびた深黄色の塗装板を得た。

この塗装板についてブリード試験を行なつたが
ブリードは生じなかつた。

また、サンシヤインクエーザー0-メーターで200時間照射ののもちも、この顎料は良好な耐光性を有していた。

出席人 日本曹達株式会社

代理人 伊藤晴之